

10/538474

JC06 Rec'd PCT/PTO 07 JUN 2005

DOCKET NO.: 272974US0PCT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Andreas WOELFERT, et al.

SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HEREWITH

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/EP03/14290

INTERNATIONAL FILING DATE: December 16, 2003

FOR: PREPARATION OF ISOCYANATES

REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119
AND THE INTERNATIONAL CONVENTION

Commissioner for Patents
Alexandria, Virginia 22313

Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NO</u>	<u>DAY/MONTH/YEAR</u>
Germany	102 61 187.4	20 December 2002

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/EP03/14290. Receipt of the certified copy(s) by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Respectfully submitted,
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Norman F. Oblon
Attorney of Record
Registration No. 24,618
Surinder Sachar
Registration No. 34,423

Customer Number

22850

(703) 413-3000
Fax No. (703) 413-2220
(OSMMN 08/03)

Best Available Copy

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



REC'D 11 FEB 2004
WIPO PCT

Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen: 102 61 187.4

Anmeldetag: 20. Dezember 2002

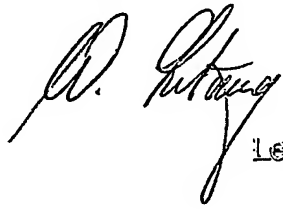
Anmelder/Inhaber: BASF AG, Ludwigshafen/DE

Bezeichnung: Verfahren zur Herstellung von Isocyanaten

IPC: C 07 C 263/10

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 2. September 2003
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag


Letang

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Isocyanaten durch Umsetzung von
5 Aminen mit Phosgen, dadurch gekennzeichnet, dass der phosgen-
haltige Eduktstrom einen Massengehalt an Chlorwasserstoff von
mehr als 0,8 Massen-% aufweist.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der
10 phosgenhaltige Eduktstrom einen Massengehalt an Chlorwasser-
stoff von 1,3 % bis 15 % aufweist.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet,
15 dass der phosgenhaltige Eduktstrom mit einem aminhaltigen
Eduktstrom in einer Mischzeit von 0,0001 Sekunden bis 5
Sekunden vermischt wird.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekenn-
20 zeichnet, dass es zur Herstellung von TDI, m-MDI, p-MDI, HDI,
IPDI, H6TDI, H12MDI, XDI, t-CHDI und NDI eingesetzt wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekenn-
25 zeichnet, dass die Umsetzung in einem Temperaturbereich von
25 bis 260 °C und bei Absolutdrücken von 0,9 bar bis 400 bar
durchgeführt wird, wobei das molare Verhältnis von Phosgen zu
eingesetzten Aminogruppen 1,1 : 1 bis 12 : 1 beträgt.
6. Verwendung von Phosgen, wobei das Phosgen einen Massengehalt
30 an Chlorwasserstoff von mehr als 0,8 Massen-% aufweist, zur
Herstellung von Isocyanaten durch Phosgenierung von primären
Aminen.
7. Verwendung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass es
35 die Herstellung von Isocyanaten in einem kontinuierlichen
Verfahren durchgeführt wird und die Umsetzung von Phosgen mit
Amin in der Flüssigphase erfolgt.
8. Produktionsanlage zur Herstellung von Isocyanaten durch
40 Umsetzung von primären Aminen mit Phosgen, aufgebaut aus
einer Aminvorlage, einer Phosgenvorlage, einer Mischvor-
richtung, einem Reaktor und einer Aufarbeitungsvorrichtung,
dadurch gekennzeichnet, dass der aus der Phosgenvorlage in
die Mischvorrichtung eingespeiste phosgenhaltige Eduktstrom
45 einen Massengehalt an Chlorwasserstoff von mehr als 0,8 Mas-
sen-% aufweist.

Verfahren zur Herstellung von Isocyanaten

Beschreibung

5

Verfahren zur Herstellung von Isocyanaten durch Umsetzung von Aminen mit Phosgen, dadurch gekennzeichnet, dass der phosgenhaltige Eduktstrom einen Massengehalt an Chlorwasserstoff (nachfolgend als HCl bezeichnet) von mehr als 0,8 Massen-% aufweist.

10

Es sind in der Literatur bereits verschiedene Verfahren zur Herstellung von Isocyanaten durch Umsetzung von Aminen mit Phosgen beschrieben.

- 15 US 3,234,253 beschreibt ein zweistufiges kontinuierliches Verfahren, bei dem nach der Vermischung von Amin und Phosgen auf der ersten Stufe anschließend bei der Heißphosgenierung auf der zweiten Stufe nachträglich HCl und Phosgen zur Steigerung der Ausbeute eingeleitet wird. Nachteilig an diesem Verfahren sind die
- 20 technisch erreichbaren Ausbeuten.

- WO 96/16028 beschreibt ein kontinuierliches Verfahren zur Herstellung von Isocyanaten, gekennzeichnet durch einstufige Reaktionsführung hinsichtlich der Temperatur, Verwendung von Isocyanat als Lösungsmittel für das Phosgen, wobei der Chlorgehalt des Isocyanats kleiner als 2 % ist. Für die Phosgenierung kann ein Rohrreaktor eingesetzt werden. Nachteilig an dem Verfahren ist, dass das Isocyanat kontinuierlich in die Reaktionszone zurückgeführt wird, wo es in Anwesenheit des freienamins zu
- 25 Harnstoffen reagieren kann, die als Feststoff ausfallen. Der stabile Betrieb eines derartigen Verfahrens ist aber durch die Feststoffproblematik gefährdet. Durch die hohe im Kreis geführte Menge Isocyanat ergibt sich ein relativ großes Reaktionsvolumen, was mit einem unerwünscht hohen apparativen Aufwand verbunden
- 30 ist.
- 35

- US 4,581,174 beschreibt die kontinuierliche Herstellung von organischen Mono- und/oder Polyisocyanaten durch Phosgenierung des primären Amins in einem Mischkreis unter teilweiser Rückführung der isocyanathaltigen Reaktionsmischung, wobei der HCl-Anteil in der rückgeführten Mischung kleiner als 0,5 % ist. Auch hier gilt, dass die kontinuierliche Rückführung des Isocyanates in die Reaktionszone mit freiem Amin die Harnstoffbildung fördert. Der ausfallende Harnstoff gefährdet den stabilen Betrieb
- 40 des Verfahrens.
- 45

2

GB 737 442 beschreibt die Rückgewinnung von Phosgen aus der Iso-
cyanatsynthese. Das rückgewonnene Phosgen hat einen HCl-Gehalt von
0,5 bis 0,7 %.

- 5 EP 322 647 beschreibt die kontinuierliche Herstellung von Mono-
oder Polyisocyanaten durch Verwendung einer Ringlochdüse. Dem
Verfahren wird durch eine gute Vermischung von Amin und Phosgen
eine gute Ausbeute erreicht. Nachteilig ist die Verstopfungs-

10

Es ist bekannt, dass eine gute Vermischung zur Verbesserung der
Ausbeute beiträgt. Deshalb gibt es genügend Ansätze, in denen wie
in EP 322 647 beschrieben, durch Verbesserung der Vermischung die
Ausbeute zu verbessern. Eine Verbesserung der Vermischung wird

- 15 üblicherweise durch Erhöhung der Strömungsgeschwindigkeiten
erreicht. Dies ergibt bei einem durch die Stöchiometrie des Ver-
fahrens vorgegebenen Volumenstrom durch die Vermischungsapparatur
eine Verkleinerung der Eintrittsöffnungen und Durchtrittsbreiten
für die eintretenden Ströme. Je kleiner aber die Eintritts-
20 öffnungen und Durchtrittsbreiten in die Vermischungsapparatur
sind, desto höher ist die Verstopfungsgefahr.

Es ist weiterhin bekannt, dass die Verwendung eines hohen Phos-
genüberschusses gegenüber dem verwendeten Amin zu hohen Selekt-

- 25 tivitäten bezüglich des hergestellten Isocyanates führt und somit
einen entscheidenden Einfluss auf die Wirtschaftlichkeit des Her-
stellungsverfahrens hat. Mit zunehmendem Verhältnis von Phosgen
zu Aminogruppen steigt tendenziell der Phosgen-Hold-up der Anlage
und das Anlagenvolumen. Andererseits wird aufgrund der Giftigkeit
30 von Phosgen ein möglichst geringer Phosgen-Hold-Up und ein mög-
lichst kompakter Bau der Anlage angestrebt. Dies stellt gleich-
zeitig eine Reduzierung der Investitionskosten der Anlage und
somit eine Verbesserung der Wirtschaftlichkeit des Verfahrens
dar.

35

Aufgabe der Erfindung war es daher, ein Verfahren zur Herstellung
von Isocyanaten bereitzustellen, welches es gestattet, dass die
resultierenden Reaktionen unter hoher Selektivität und hoher
Raum-Zeit-Ausbeute und hoher Betriebsstabilität durchgeführt wer-
40 den, so dass das Verfahren räumlich kompakt aufgebaut werden kann
und wirtschaftlich betrieben werden kann.

Insbesondere war es Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren zur Her-
stellung von Isocyanaten bereit zu stellen, welches gegenüber den

- 45 bereits beschriebenen Verfahren eine Verbesserung der Ausbeute
ermöglicht. Dabei war es die Aufgabe der Erfindung, die Verbesse-

3

rung der Ausbeute unabhängig von der Verbesserung der Vermischung zu erreichen.

Es wurde nun gefunden, dass das Verfahren hinsichtlich seiner
5 Ausbeute verbessert werden kann, wenn die zur Vermischung mit der Aminlösung eingesetzte Phosgenlösung einen HCl-Gehalt von mehr als 0,8 Massen-% aufweist. Insbesondere konnte das Ausmaß der Harnstoffbildung während der Phosgenierung durch einen Gehalt von mehr als 0,8 Massen-% von HCl bezogen auf das Gemisch von
10 Phosgen und HCl vor der Vermischung von Aminlösung und Phosgen bzw. Phosgenlösung reduziert werden.

Der technische Effekt des erfindungsgemäßen Verfahrens ist deshalb überraschend, weil während der Reaktion der Isocyanatbildung
15 HCl in erheblichen Mengen gebildet wird. Bei der Umsetzung reagiert das Phosgen zunächst mit den Aminogruppen zum sogenannten Carbamoylchlorid unter Abspaltung von Chlorwasserstoff. Die Carbamoylchloridgruppe setzt sich dann unter weiterer Abspaltung von Chlorwasserstoff zur Isocyanatgruppe um.

20 Gegenstand der Erfindung ist daher ein Verfahren zur Herstellung von Isocyanaten durch Umsetzung von Aminen mit Phosgen, dadurch gekennzeichnet, dass der phosgenhaltige Eduktstrom einen Massengehalt an Chlorwasserstoff von mehr als 0,8 Massen-% aufweist.

25 Weiterhin ist Gegenstand der Erfindung die Verwendung von Phosgen, wobei das Phosgen einen Massengehalt an Chlorwasserstoff von mehr als 0,8 Massen-% aufweist, zur Herstellung von Isocyanaten durch Phosgenierung von primären Aminen.

30 Schließlich ist Gegenstand der Erfindung eine Produktionsanlage zur Herstellung von Isocyanaten durch Umsetzung von primären Aminen mit Phosgen, aufgebaut aus einer Aminvorlage, einer Phosgenvorlage, einer Mischvorrichtung, einem Reaktor und einer Aufarbeitungs-
35 vorrichtung, dadurch gekennzeichnet, dass der aus der Phosgenvorlage in die Mischvorrichtung eingespeiste phosgenhaltige Eduktstrom einen Massengehalt an Chlorwasserstoff von mehr als 0,8 Massen-% aufweist.

40 Es ist erfindungswesentlich, dass das zur Umsetzung benötigte und zugeführte Phosgen (=zugeführter phosgenhaltiger Eduktstrom) einen Massengehalt an Chlorwasserstoff von mehr als 0,8 Massen-% aufweist. Bevorzugt weist der phosgenhaltige Eduktstrom einen Massengehalt an Chlorwasserstoff von 1,3 % bis 15 Massen-%, mehr
45 bevorzugt von 1,7 % bis weniger als 10-Massen-%, besonders bevorzugt von 2 bis weniger als 7 Massen-% auf. Dabei bezieht sich die Angabe in Massenprozenten auf die Summe des Phosgenstromes und

4

des HCl-Stromes. Dieser Bezugstrom enthält ausdrücklich nicht die Masse der Lösungsmittels, falls der phosgenhaltige Strom zur Reaktions- oder Mischeinrichtung noch zusätzlich eines oder mehrere Lösungsmittel enthält.

5

Es ist weiterhin bevorzugt, dass der Phosgenstrom, welcher der Vermischung von Amin- und Phosgenstrom zugeführt wird, bereits die oben angegebene Menge an HCl enthält. Die Menge an HCl sollte nicht erst, wie in US 3,234,253 dargestellt, nachträglich in das

10 Reaktionsgemisch von Amin und Phosgen eingeführt werden.

Im erfindungsgemäßen Verfahren erfolgt die Vermischung der Reaktanten in einer Mischeinrichtung, die sich durch eine hohe Scherung des durch die Mischeinrichtung geführten Reaktionsstromes
15 auszeichnet. Bevorzugt werden als Mischeinrichtung eine Rotationsmischeinrichtung, eine Mischpumpe oder eine Mischdüse verwendet, die dem Reaktor vorangestellt ist. Besonders bevorzugt wird eine Mischdüse verwendet. Die Mischzeit in dieser Mischeinrichtung beträgt üblicherweise 0,0001 s bis 5 s, bevorzugt 0,0005
20 bis 4 s, besonders bevorzugt 0,001 s bis 3 s. Als Mischzeit ist diejenige Zeit zu verstehen, die von dem Beginn des Mischvorgangs vergeht, bis 97,5 % der Fluidelemente des erhaltenen Gemisches einen Mischungsbruch haben, der bezogen auf den Wert des theoretischen Endwerts des Mischungsbruchs des erhaltenen Gemisches
25 beim Erreichen des Zustandes perfekter Mischung weniger als 2,5 % von diesem Endwert des Mischungsbruchs abweichen. (zum Konzept des Mischungsbruchs siehe z.B. J.Warnatz, U.Maas, R.W. Dibble: Verbrennung, Springer Verlag, Berlin Heidelberg New York, 1997, 2. Auflage, S. 134).

30

In einer bevorzugten Ausführungsform erfolgt die Umsetzung von Amin mit Phosgen bei Absolutdrücken von 0,9 bar bis 400 bar, bevorzugt von 1 bis 200 bar, besonders bevorzugt von 1,1 bis 100 bar, ganz besonders bevorzugt von 1,5 bis 40 bar und insbesondere
35 besondere von 2 bis 20 bar. Das molare Verhältnis von Phosgen zu eingesetzten Aminogruppen beträgt im allgemeinen 1,1 : 1 bis 12 : 1, bevorzugt von 1,25:1 bis 10:1, besonders bevorzugt von 1,5:1 bis 8:1 und ganz besonders bevorzugt von 2:1 bis 6:1. Die Gesamtverweilzeit in den Reaktoren beträgt in allgemeinen
40 10 Sekunden bis 15 Stunden, bevorzugt 3 min bis 12 h. Die Umsetzungstemperatur beträgt im allgemeinen von 25 bis 260°C, bevorzugt von 35 bis 240°C.

Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich für die Herstellung
45 alle gängigen aliphatischen und aromatischen Isocyanate, oder ein Gemisch aus zwei oder mehr solcher Isocyanate. Bevorzugt werden beispielsweise monomeres Methylen-di(phenylisocyanat) (m-MDI)

5

oder polymeres Methylen-di(phenylisocyanat (p-MDI), Toluylen-diisocyanat (TDI), R,S-1-Phenylethylisocyanat, 1-Methyl-3-phenylpropylisocyanat, Naphthyl-diisocyanat (NDI), n-Pentylisocyanat, 6-Methyl-2-heptan-isocyanat, Cyclopentylisocyanat, Hexamethylen-
5 diisocyanat (HDI), Isophorondiisocyanat (IPDI), Di-isocyanato-methyl-cyclohexan (H₆TDI), Xylendiisocyanat (XDI), Di-isocyanato-cyclohexan (t-CHDI), Di-(isocyanato-cyclohexyl)-methan (H₁₂MDI).

Besonders bevorzugt wird das Verfahren zur Herstellung von TDI,
10 m-MDI, p-MDI, HDI, IPDI, H₆TDI, H₁₂MDI, XDI, t-CHDI und NDI, insbesondere zur Herstellung von TDI, m-MDI, p-MDI eingesetzt.

Das erfindungsgemäße Verfahren umfasst kontinuierliche, halbkontinuierliche und diskontinuierliche Verfahren. Bevorzugt sind
15 kontinuierliche Verfahren.

Die Herstellung der Isocyanate erfolgt üblicherweise durch Umsetzung des entsprechenden primären Amins mit einem Überschuß an Phosgen. Dabei findet dieser Prozess bevorzugt in der flüssigen
20 Phase statt.

Dem erfindungsgemäßen Verfahren kann ein zusätzliches inertes Lösungsmittel beigelegt werden. Dieses zusätzliche inerte Lösungsmittel ist üblicherweise ein organisches Lösungsmittel
25 oder Gemische davon. Dabei sind Chlorbenzol, Dichlorbenzol, Trichlorbenzol, Toluol, Hexan, Diethylisophthalat (DEIP), Tetrahydrofuran (THF), Dimethylformamid (DMF), Benzol und deren Gemische bevorzugt. Auch kann das Isocyanat, das in der Anlage hergestellt wird als Lösungsmittel verwendet werden. Besonders
30 bevorzugt ist Chlorbenzol und Dichlorbenzol, sowie Toluol.

Der Gehalt an Amin im Gemisch Amin/Lösungsmittel beträgt üblicherweise zwischen 1 und 50 Massen-%, bevorzugt zwischen 2 und 40 Massen-%, besonders bevorzugt zwischen 3 und 30 Massen-%.
35

Nach der Reaktion wird das Stoffgemisch bevorzugt mittels Rektifikation in Isocyanat(e), Lösungsmittel, Phosgen und Chlorwasserstoff aufgetrennt. Geringe Mengen von Nebenprodukten, die im Isocyanat(e) verbleiben, können mittels zusätzlicher Rektifikation
40 oder auch Kristallisation vom erwünschten Isocyanat(e) getrennt werden.

Je nach Wahl der Reaktionsbedingungen kann das Produkt inertes Lösungsmittel, Carbamoylchlorid und/oder Phosgen enthalten und
45 nach den bekannten Methoden weiterverarbeitet werden.

6

Nach beendeter Reaktion werden üblicherweise der gebildete Chlorwasserstoff und das überschüssige Phosgen aus der Reaktionsmischung durch Destillation oder durch Strippung mit einem Inertgas abgetrennt. Das Chlorwasserstoff/Phosgengemisch wird üblicherweise durch Destillation (FR 1 469 105) oder durch Wäsche mit einem Kohlenwasserstoff in Chlorwasserstoff und Phosgen getrennt, wobei der Aufwand für die Trennung von HCl und Phosgen durch die Reinheitsanforderungen an die HCl bzw. an das Phosgen bestimmt wird. Hierbei ist der Gehalt an Phosgen im HCl und der Gehalt an HCl im Phosgen zu unterscheiden. Das so erhaltene, vom HCl befreite Phosgen wird mit frischem Phosgen aus der Phosgensynthese vermischt und wieder der Reaktion zur Herstellung des Isocyanates zugeführt.

- 15 Je nach Betriebsweise der Anlage enthält der phosgenhaltige Strom, der der Reaktions- oder Mischeinrichtung zugeführt wird neben Phosgen und den erwähnten Anteilen HCl auch noch das Lösungsmittel, in dem die Phosgenierung durchgeführt wird. Dies ist insbesondere dann der Fall, wenn die Trennung des Phosgens und des Chlorwasserstoffs mittels Wäsche mit dem Lösungsmittel durchgeführt wird.

- Der erfindungsgemäße Gehalt an HCl im Phosgen läßt sich dadurch einstellen, dass man den abgetrennten HCl-Strom zumindest teilweise wieder mit dem Phosgenstrom vereinigt; oder dadurch, dass man an die Reinigung des Phosgenstromes geringere Anforderungen hinsichtlich der Spezifikation des HCl-Gehaltes stellt. Bevorzugt wird der HCl-haltige Phosgenstrom durch geringe Spezifikation und die Aufreinigung des Phosgenstromes erreicht. Z.B. wird in FR 1 469 105 die destillative Trennung von HCl und Phosgen beschrieben. Dies wird üblicherweise dadurch erreicht, dass man das HCl und Phosgen enthaltende Gemisch in der Mitte zwischen Abtriebsteil und Verstärkungsteil einer Destillationskolonne zuführt. Die erfindungsgemäße Ausführung ist dann die Auftrennung des HCl und Phosgen enthaltenden Gemisches in einer reinen Verstärkungsschaltung ohne Abtriebsteil, bei der der HCl und Phosgen enthaltende Gasstrom in den Sumpf der Kolonne eingeleitet wird. Eine weitere erfindungsgemäße Ausführung ist die Verwendung einer Kolonne zur Trennung von HCl und Phosgen enthaltenden Gemischen, bei denen der Verstärkungsteil mindestens doppelt so viele Stufen umfasst wie der Abtriebsteil, bevorzugt mindestens drei mal so viele Stufen umfasst wie der Abtriebsteil und ganz besonders bevorzugt mindestens 4 mal so viele Stufen wie der Abtriebsteil hat. Erfindungsgemäß kann die Auftrennung des HCl und Phosgen enthaltenden Gemisches dadurch unterstützt werden, dass der Rück-

7

lauf im Verstärkungsteil Lösemittel enthält. Bevorzugt wird dazu am Kopf der HCl/Phosgen-Trennung ein Lösemittelstrom aufgegeben.

Gleichzeitig wird durch den erfindungsgemäßen Verzicht auf die
5 aufwendige Trennung von HCl- und Phosgen der Phosgen-Hold-Up in der Anlage reduziert, da der vorrangig Phosgen enthaltende Abtriebsteil der Kolonne zur HCl-Phosgen-Trennung entfällt.

Gegenstand der Erfindung ist ferner eine Produktionsanlage, die
10 zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens geeignet ist. Eine bevorzugte Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Produktionsanlage soll anhand eines allgemeinen Verfahrensschemas gemäß Figur 1 näher erläutert werden. In Figur 1 bedeutet:

- | | | |
|----|-------|---|
| 15 | I | Phosgenvorlage |
| | II | Aminvorlage |
| | III | Mischvorrichtung |
| | V | Reaktor |
| | VI | Erste Aufbereitungsvorrichtung |
| 20 | VII | Zweite Aufbereitungsvorrichtung |
| | VIII | Isocyanatvorlage |
| | IX | Phosgenaufarbeitung |
| | X | Lösungsmittelaufarbeitung |
| | 1 | Zufuhr phosgenhaltiger Eduktstrom |
| 25 | 2 | Zufuhr aminhaltiger Eduktstrom |
| | 3 | Zufuhr inertes Lösungsmittel |
| | 4 | Abgetrennter Chlorwasserstoff, Phosgen, inertes Lösungsmittel, und geringe Mengen Isocyanat |
| | 5 | Rückgeführter Isocyanatstrom (optional) |
| 30 | 6 | Ausgetragener Chlorwasserstoff |
| | 7 | Abgetrenntes Isocyanat |
| | 8, 11 | Abgetrenntes inertes Lösungsmittel |
| | 9 | Aufgearbeitetes inertes Lösungsmittel |
| | 10 | Aufgearbeitetes Phosgen |

35

Das Amin aus der Aminvorlage II und Phosgen, aus der Phosgenvorlage I werden in einer geeigneten Mischvorrichtung III vermischt. In einer optionalen Ausführungsform wird zusätzlich das Gemisch aus Amin und Phosgen mit rückgeführten Isocyanat als Lösungsmittel vermischt. Nach dem Vermischen wird das Gemisch in einen
40 Reaktor V überführt. Ebenfalls sind Vorrichtungen verwendbar, die sowohl Misch- als auch Reaktionsvorrichtung darstellen, beispielsweise Rohrreaktoren mit angeflanschten Düsen.

45 In der Aufbereitungsvorrichtung VI wird üblicherweise vom Isocyanatstrom Chlorwasserstoff und gegebenenfalls inertes Lösungsmittel und/oder geringe Anteile des Isocyanatstroms abgetrennt.

8

In der optionalen Aufbereitungsvorrichtung VII wird bevorzugt inertes Lösungsmittel abgetrennt und anschließend aufgearbeitet (X) und der Aminvorlage II wieder zugeführt. Beispielsweise können übliche Destillationseinheiten die Aufbereitungsvorrichtungen darstellen.

Das erfindungsgemäße Verfahren bringt den Vorteil mit sich, dass eine Erhöhung der Ausbeute erreicht wird. Gleichzeitig läßt sich der Phosgen-Hold-Up in der Auftrennung der HCl und Phosgen enthaltenden Ströme durch Vereinfachung des Prozesses reduzieren.

15

20

25

30

35

40

45

Verfahren zur Herstellung von Isocyanaten

Zusammenfassung

5

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Isocyanaten durch Umsetzung von Aminen mit Phosgen, dadurch gekennzeichnet, dass der phosgenhaltige Eduktstrom einen Massengehalt an Chlorwasserstoff von mehr als 0,8 Massen-% aufweist.

10

15

20

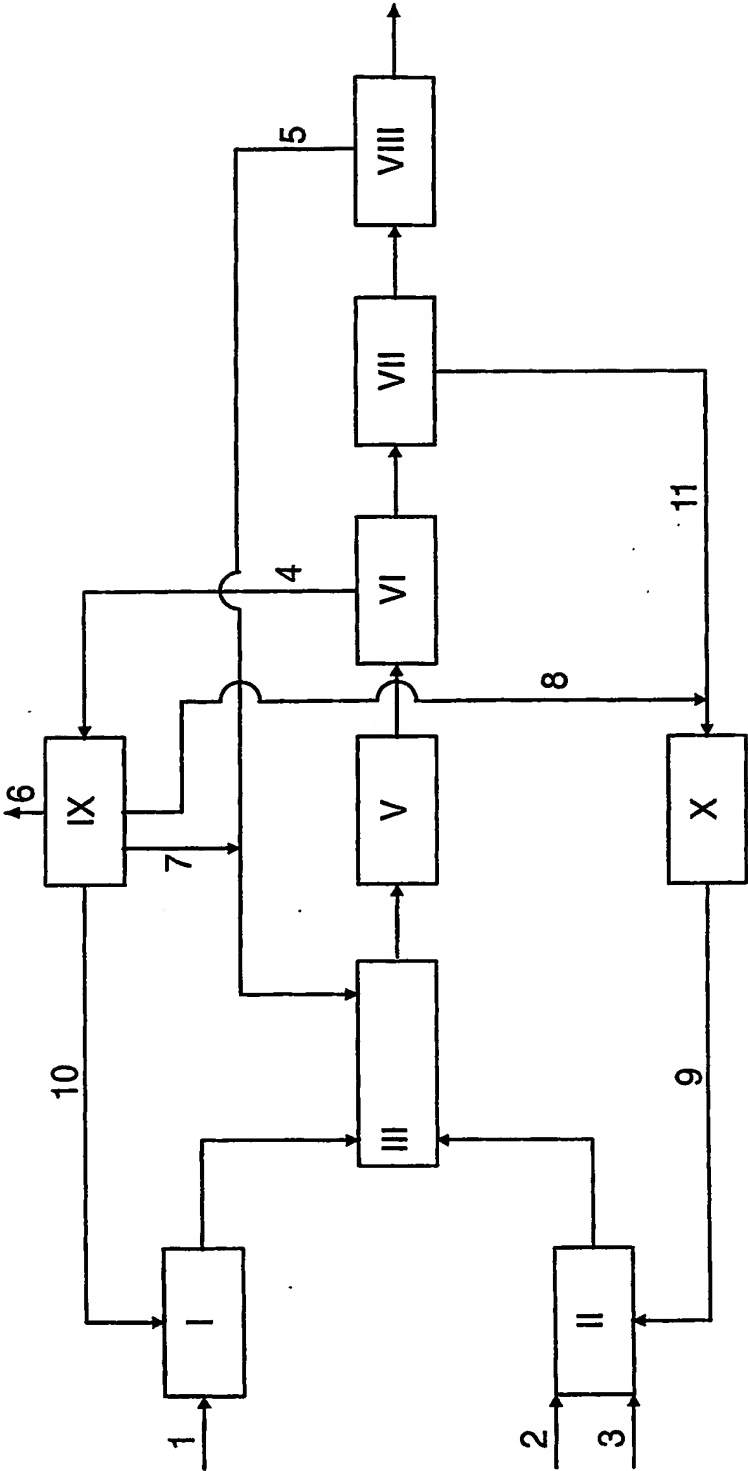
25

30

35

40

45



Figur 1

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.